

MEMO

SEARCH

INDEX

DETAIL

JAPANESE

1 / 1

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-072463

(43)Date of publication of application : 21.03.2001

---

(51)Int.CI. C04B 35/19  
G02B 6/10

---

(21)Application number : 11-236201 (71)Applicant : NIPPON ELECTRIC GLASS CO LTD

(22)Date of filing : 23.08.1999 (72)Inventor : SAKAMOTO AKIHIKO  
MATANO TAKAHIRO

---

(30)Priority

Priority number : 11192954 Priority date : 07.07.1999 Priority country : JP

---

### (54) TEMPERATURE-COMPENSATING MEMBER AND OPTICAL TELECOMMUNICATION DEVICE USING THE SAME

#### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a temperature-compensating member consisting of polycrystalline form based on  $\beta$ -quartz solid solution or  $\beta$ -eucryptite solid solution, having a specific value of the spacing of the crystal plane giving the main peak in X-ray diffractometry and having a negative thermal expansion coefficient, thereby reduced in thermal expansion hysteresis and raised in environmental stability.

**SOLUTION:** This temperature-compensating member consists of a polycrystalline form  $<3.52 \text{ \AA}$ ; in the spacing of the crystal plane giving the main peak in X-ray diffractometry, thereby being slight in initial hysteresis and being hard to cause its hysteresis change under service circumstances as well. Furthermore, this member is pref.  $-25$  to  $-120 \times 10^{-7}/^\circ \text{C}$  in thermal expansion coefficient at  $-40$  to  $100^\circ \text{C}$ . Besides, when the polycrystalline form constituting this member is made by sintering feedstock powder, grooves and through holes can be formed easily at specified points of the resulting sintered compact simultaneously with molding the powder, leading to cost reduction in making the other objective optical telecommunication devices using the above member.

---

#### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 10.04.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

## (書誌+要約+請求の範囲)

(19)【発行国】日本国特許庁(JP)  
 (12)【公報種別】公開特許公報(A)  
 (11)【公開番号】特開2001-72463(P2001-72463A)  
 (43)【公開日】平成13年3月21日(2001. 3. 21)  
 (54)【発明の名称】温度補償用部材及びそれを用いた光通信デバイス  
 (51)【国際特許分類第7版】

C04B 35/19  
 G02B 6/10

## 【FI】

C04B 35/18 A  
 G02B 6/10 C

## 【審査請求】未請求

## 【請求項の数】4

## 【出願形態】OL

## 【全頁数】6

(21)【出願番号】特願平11-236201  
 (22)【出願日】平成11年8月23日(1999. 8. 23)  
 (31)【優先権主張番号】特願平11-192954  
 (32)【優先日】平成11年7月7日(1999. 7. 7)  
 (33)【優先権主張国】日本(JP)

## (71)【出願人】

【識別番号】000232243

【氏名又は名称】日本電気硝子株式会社

【住所又は居所】滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号

## (72)【発明者】

【氏名】坂本 明彦

【住所又は居所】滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号 日本電気硝子株式会社内

## (72)【発明者】

【氏名】侯野 高宏

【住所又は居所】滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号 日本電気硝子株式会社内

## 【テーマコード(参考)】

2H050  
 4G030

## 【Fターム(参考)】

2H050 AC82 AC84 AD00  
 4G030 AA02 AA07 AA16 AA17 AA36 AA37 AA41 BA16 CA01 GA22 GA25 GA27

## (57)【要約】

【目的】熱膨張のヒステリシスが小さく、且つ環境安定性が高く、安価に製造することが可能な温度補償用部材と、そのような温度補償用部材を用いた光通信デバイスを提供する。

【構成】本発明の温度補償用部材は、 $\beta$ -石英固溶体または $\beta$ -ユーリップタイト固溶体を主結晶とする多結晶体からなり、X線回折測定において主ピークを与える結晶面の面間隔が、3.52 Åより小さく、負の熱膨張係数を有することを特徴とする。

**【特許請求の範囲】**

【請求項1】 $\beta$ -石英固溶体または $\beta$ -ユークリプタイト固溶体を主結晶とする多結晶体からなり、X線回折測定において主ピークを与える結晶面の面間隔が、3.52 Åより小さく、負の熱膨張係数を有することを特徴とする温度補償用部材。

【請求項2】多結晶体が、粉末の焼結体からなることを特徴とする請求項1記載の温度補償用部材。

【請求項3】-40~100°Cの温度範囲における熱膨張係数が、-25~-120  $\times 10^{-7}$  /°Cであることを特徴とする請求項1記載の温度補償用部材。

【請求項4】 $\beta$ -石英固溶体または $\beta$ -ユークリプタイト固溶体を主結晶とする多結晶体からなり、X線回折測定において主ピークを与える結晶面の面間隔が、3.52 Åよりも小さく、負の熱膨張係数を有する温度補償用部材を用いてなることを特徴とする光通信デバイス。

## 詳細な説明

### 【発明の詳細な説明】

#### 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、負の熱膨張係数を有する温度補償用部材と、それを用いた光通信デバイスに関するものである。

#### 【0002】

【従来の技術】光通信技術の進歩に伴い、光ファイバを用いたネットワークが急速に整備されつつある。ネットワークの中では、複数の波長の光を一括して伝送する波長多重技術が用いられるようになり、波長フィルタやカプラ、導波路等が重要なデバイスになりつつある。

【0003】この種のデバイスの中には、温度によって特性が変化し、屋外での使用に支障を来すものがあるため、このようなデバイスの特性を温度変化によらずに一定に保つ技術、いわゆる温度補償技術が必要とされている。

【0004】温度補償を必要とする光通信デバイスの代表的なものとして、ファイバラッピングレーティング(以下、FBGという)がある。FBGは、光ファイバのコア内に格子状に屈折率変化を持たせた部分、いわゆるグレーティングを形成したデバイスであり、下記の数1の式に示した関係に従つて、特定の波長の光を反射する特徴を有している。このため、波長の異なる光信号が1本の光ファイバを介して多重伝送される、波長分割多重伝送方式の光通信システムにおいて重要な光デバイスとして注目を浴びている。

#### 【0005】

#### 【数1】

$$\lambda = 2n \wedge$$

【0006】ここで、 $\lambda$ は反射波長、 $n$ はコアの実効屈折率、 $\wedge$ は格子状に屈折率に変化を設けた部分の格子間隔を表す。

【0007】しかしながら、このようなFBGは、その周囲温度が変化すると反射波長が変動するという問題がある。反射波長の温度依存性は数1の式を温度Tで微分して得られる下記の数2の式で示される。

#### 【0008】

#### 【数2】

$$\begin{aligned} \partial \lambda / \partial T &= 2 \{ (\partial n / \partial T) \wedge + n (\partial \wedge / \partial T) \} \\ &= 2 \wedge \{ (\partial n / \partial T) + n (\partial \wedge / \partial T) / \wedge \} \end{aligned}$$

【0009】この数2の式の右辺第2項の $(\partial \wedge / \partial T) / \wedge$ は光ファイバの熱膨張係数に相当し、その値はおよそ $0.6 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ である。一方、右辺第1項は光ファイバのコア部分の屈折率の温度依存性であり、その値はおよそ $7.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ である。つまり、反射波長の温度依存性はコア部分の屈折率変化と熱膨張による格子間隔の変化の双方に依存するが、大部分は屈折率の温度変化に起因していることが分かる。

【0010】このような反射波長の変動を防止するための手段として、温度変化に応じた張力をFBGに印加し格子間隔を変化させることによって、屈折率変化に起因する成分を相殺する方法が知られている。

【0011】この方法の具体例としては、例えば熱膨張係数の小さい合金や石英ガラス等の材料と熱膨張係数の大きなアルミニウム等の金属とを組み合わせた温度補償用部材にFBGを固定する方法が提案されている。すなわち、図4に示すように、熱膨張係数の小さいインバー(商標)棒10の両端にそれぞれ熱膨張係数の比較的大きいAIプラケット11a、11bを取り付け、これらのプラケット11a、11bに、留め金12a、12bを用いて光ファイバ13を所定の張力で引っ張った状態で固定するようにしている。この時、光ファイバ13のグレーティング部分13aが2つの留め金12a、12bの中間にくるようにする。

【0012】この状態で周囲温度が上昇すると、AIプラケット11a、11bが伸張し、2つの留め金12a、12b間の距離が短縮するため、光ファイバ13のグレーティング部分13aに印加されている張力が減少する。一方、周囲温度が低下するとAIプラケット11a、11bが収縮し、2つの留め金12a、12b間の距離が増加するため、光ファイバ13のグレーティング部分13aに印加されている張力が増加する。この様に、温度変化によってFBGにかかる張力を変化させることによってグレーティング部の格子間隔を調節することができ、これによって反射中心波長の温度依存性を相殺する

ことができる。

【0013】しかしながら、このような温度補償装置は、機構的に複雑になり、その取り扱いが難しいという問題がある。

【0014】そこで上記の問題を解消する方法として、WO97/28480には、図5に示すように、予め板状に成形した原ガラス体を熱処理し結晶化することによって得た、負の熱膨張係数を有するガラスセラミック基板14上に、錐15によって張力を付与した状態でFBG16を接着剤17で固定し、この張力をガラスセラミック基板14の膨張収縮によってコントロールする方法が示されている。反射中心波長の温度依存性を相殺するには、上述のように温度上昇時にFBGが収縮する方向、温度下降時には伸長する方向の応力を印可する必要があるが、基板材料が負の熱膨張係数を有していれば、このような応力を単一部材によって発生させることが可能となり、WO97/28480は、この作用効果に基づいて発明が成されたものである。尚、図5中、16aはグレーティング部分を示している。

【0015】

【発明が解決しようとする課題】WO97/28480に開示の方法は、単一部材で温度補償が行えるため機械的に簡単であり、取り扱いが容易であるという利点はあるが、使用するガラスセラミック部材の熱膨張のヒステリシスが大きいという問題がある。熱膨張のヒステリシスとは、温度変化によって材料が膨張、収縮する際に、昇温過程の膨張挙動と降温過程のそれが一致しない現象を指す。またWO97/28480には、ガラスセラミック部材のヒステリシスを低減する目的で、400～800°Cの温度で熱サイクル処理を行い、内部構造を安定化させる方法が開示されているが、このような方法で低減されたヒステリシスは、温湿度の環境変化に対して不安定であり、初期の値を維持することが困難である。また、このような熱処理は、製造プロセスを複雑にするため、コストが高くなるという問題もある。

【0016】本発明は、このような事情に鑑みなされたものであり、熱膨張のヒステリシスが小さく、且つ環境安定性が高く、安価に製造することが可能な温度補償用部材と、そのような温度補償用部材を用いた光通信デバイスを提供することを目的とする。

【0017】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、上記目的を達成すべく種々の実験を行った結果、温度補償用部材を構成する多結晶体の結晶構造を規制することで、熱膨張のヒステリシスを低減でき、しかも環境安定性に優れた温度補償用部材が得られることを見いたし、本発明を提案するに到った。

【0018】すなわち本発明の温度補償用部材は、β-石英固溶体またはβ-ユーリクリプタイト固溶体を主結晶とする多結晶体からなり、X線回折測定において主ピークを与える結晶面の面間隔が、3.52 Åより小さく、負の熱膨張係数を有することを特徴とする。

【0019】また本発明の光通信デバイスは、β-石英固溶体またはβ-ユーリクリプタイト固溶体を主結晶とする多結晶体からなり、X線回折測定において主ピークを与える結晶面の面間隔が、3.52 Åより小さく、負の熱膨張係数を有する温度補償用部材を用いてなることを特徴とする。

【0020】尚、面間隔とは、多結晶体を構成する結晶中の種々の結晶面ごとの間隔を指し、本発明ではX線回折において主ピークを与える結晶面を対象にしている。

【0021】

【発明の実施の形態】一般に温度補償用部材の熱膨張ヒステリシスは、使用環境の影響を受け、例えば高温高湿環境や熱サイクルによって、その値が変化する。また上記したように、WO97/28480に記載されているような熱サイクル処理によってヒステリシスを低減させた場合は、その後の使用環境によって再度ヒステリシスの変化が起こりやすい。

【0022】しかしながら、本発明の温度補償用部材は、X線回折測定において主ピークを与える結晶面の面間隔が3.52 Åよりも小さい多結晶体からなるため、初期のヒステリシスが小さい上に、使用環境でのヒステリシス変化も起こりにくい。

【0023】図1は、多結晶体の結晶面の面間隔と、ヒステリシスの相関関係を示したものである。この図から、面間隔が小さくなるほど、ヒステリシスも小さくなることが理解できる。面間隔が3.52 Å以上になると、温度補償用部材としてのヒステリシスの低減効果が不十分であると同時に、温度や湿度等の環境要因によるヒステリシスの変化率が大きくなり、安定した特性のデバイスが得られ難い。

【0024】また上記したように多結晶体の結晶面の面間隔が小さくなるほど、ヒステリシスも小さくなるが、面間隔をあまり小さくしようとすると、異種結晶が析出し、熱膨張係数が正の方向にシフトし

たり、熱膨張の直線性が劣化するため、デバイスの用途や特性によって面間隔は適宜選択すべきである。本発明における面間隔の好ましい値は、3.491～3.519Å、より好ましい値は、3.495～3.512Åである。

【0025】本発明の温度補償用部材において、熱膨張の直線性が劣化することが好ましくない理由は、次のとおりである。

【0026】1997年信学総大C-3-46に示されているように、負の熱膨張係数を有する材料をこの種の基板として用いても、温度域によっては、反射中心波長の温度依存性が強く現れ、十分な温度補償機能が得られない場合がある。これは、基板材料の熱膨張の直線性が悪いことに起因する。そのため本発明においては、熱膨張の直線性に優れ、具体的には、試料の熱膨張曲線の両端を結ぶ直線(仮想直線)に対する実測曲線のずれが最大となる温度での、仮想直線と実測曲線の試料長の差を、試験前の試料長で除した値が60ppm以下となるように規制することが望ましく、これによって、いずれの温度域においても十分な温度補償機能を得ることが可能となる。

【0027】多結晶体の結晶面の面間隔を変化させる方法としては、各種の方法があり、例えば多結晶体の組成を調整したり、多結晶体を作製した後、イオン交換処理する方法が挙げられるが、本発明においては、いずれの方法を採用しても良い。

【0028】多結晶体の結晶面の面間隔を小さくするのに適した組成範囲は、重量%で、 $\text{SiO}_2$  45～60%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  20～45%、 $\text{Li}_2\text{O}$  7～12%、 $\text{TiO}_2$  0～4%、 $\text{ZrO}_2$  0～4%であり、この組成範囲の内で、各成分の含有量が所望の値となるように規制することによって、面間隔を3.52Å未満にすることができる。また上記の成分以外にも、 $\text{MgO}$ や $\text{P}_2\text{O}_5$ 等、他の成分を10重量%まで添加することが可能である。

【0029】本発明において、原料を溶融した後、冷却固化させたガラスを再加熱して結晶化させることによって多結晶体を作製する場合には、ガラスの溶融性や成形性を良好に保つために、面間隔の調整が困難になることがある。それに対し、粉末を焼結することによって多結晶体を作製する場合は、ガラスの溶融性や成形性に制約されることなく、焼結前の各種原料の種類や比率によって調整することができるため好ましい。また多結晶体を粉末焼結体から作製すると、複雑な形状であっても、プレス成形、キャスト成形、押し出し成形等の方法によって容易に、低コストで成形できるため好ましい。このような粉末焼結体は、各種の原料粉末を焼結することによって作製される。尚、この原料粉末には、非晶質ガラス粉末、結晶析出性ガラス粉末、部分結晶化ガラス粉末、ゾルゲル法により作製したガラス粉末も含まれ、これ以外に、ゾルやゲルを添加しても良い。

【0030】また本発明の温度補償用部材は、 $-40\sim100^\circ\text{C}$ の温度範囲における熱膨張係数が、 $-25\sim-120\times10^{-7}/^\circ\text{C}$ (より好ましくは $-50\sim-90\times10^{-7}/^\circ\text{C}$ )であることが好ましい。

【0031】さらに本発明においては、多結晶体を、粉末を焼結することによって作製すると、成形と同時に焼結体の所定箇所に溝や貫通孔を容易に形成することができ、このことは光通信デバイスを作製する上で大きな利点となる。

【0032】例えばFBGの光ファイバは、温度補償用部材に接着剤(例えばガラスフリットやエポキシ系樹脂)を用いて接着固定されるが、温度補償用部材の所定箇所に溝や貫通孔が形成されないと、接着加工の際、組み立ての自動化が容易になるため、製造コストが安価になる。尚、溝や貫通孔は、1ヶ所に限定されず、複数箇所に形成しても良い。

【0033】また一般にFBG等のファイバ状のデバイスを温度補償用部材に固定するにあたっては、温度補償用部材が固定時の長さより収縮する際にデバイスがたわまないよう、予めデバイスに張力を付与することが必要であるが、上記の溝や貫通孔の直径をデバイスの直径に近づけることにより、使用する接着剤の量を少なくし、薄い接着剤層での固定が可能となる。接着剤層が薄くなれば、接着剤とデバイス、温度補償用部材との間の熱膨張差による応力が低減されるため、溝や貫通孔の全長に亘って接着固定することが可能となり、温度補償用部材が固定時の長さより収縮する場合でもデバイスがたわむことがなく、予め張力を付与する必要がなくなり、より簡便な工程で温度補償機能付き光学デバイスを製造することができる。特に温度補償用部材に精密な貫通孔を形成し、その中にデバイスが挿入される場合には、温度補償用部材がデバイスの位置決め部品としての機能を併せ持つことになり、温度補償用機能付きデバイスを光ファイバや他のデバイスと接続する際に、それ自身が接続部品としても機能することになる。

【0034】

【実施例】以下、本発明の温度補償用部材を実施例に基づいて詳細に説明する。

【0035】表1、2は、本発明の実施例(試料No.1～6)及び比較例(試料No.7)を示すものであ

る。

【0036】

【表1】

試料No.	実施例			
	1	2	3	4
SiO <sub>2</sub>	56.7	55.2	50.7	57.1
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	31.6	33.0	36.8	30.4
Li <sub>2</sub> O	8.6	9.3	11.1	8.1
TiO <sub>2</sub>	1.0	0.8	0.4	1.1
ZrO <sub>2</sub>	1.2	1.0	0.5	1.6
MgO	0.2	0.2	0.1	0.3
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.7	0.5	0.4	1.4
結晶の種類	β-Qs. s.	β-Qs. s.	β-Qs. s.	β-Qs. s.
面間隔 (Å)	3.498	3.501	3.519	3.496
熱膨張係数 (×10 <sup>-7</sup> /°C)	-57	-78	-95	-34
ヒステリシス				
初期	18	23	57	8
高温高湿後 (ppm)	20	26	69	8

【0037】

【表2】

試料No.	実施例		比較例
	5	6	7
SiO <sub>2</sub>	58.0	46.2	44.5
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	31.0	40.9	43.0
Li <sub>2</sub> O	7.7	9.1	12.5
TiO <sub>2</sub>	0.8	1.9	—
ZrO <sub>2</sub>	1.4	1.9	—
MgO	0.3	—	—
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.8	—	—
結晶の種類	β-Qs. s.	β-Es. s.	β-Es. s.
面間隔 (Å)	3.493	3.515	3.534
熱膨張係数 (×10 <sup>-7</sup> /°C)	-26	-64	-98
ヒステリシス			
初期	7	55	78
高温高湿後 (ppm)	7	68	150

【0038】表1、2の各試料は、次のようにして作製した。

【0039】まず実施例であるNo. 1～5及び比較例であるNo. 7の各試料は、焼結後の多結晶体の組成が表中の組成(重量%)となるように原料を調合した後、それを金型に入れ、20MPaの圧力でプレス成形することによって、幅4mm、厚み3mm、長さ40mmの角柱形状の成形体(圧粉体)を作製した。次いで、これらの成形体を空気中で1350°Cで15時間焼結した後、常温まで冷却することによって、β-石英固溶体の多結晶体としたものである。

【0040】またNo. 6の試料は、結晶化後の多結晶体の組成が表中の組成(重量%)となるように原料を調合した後、1500°Cで7時間溶融し、急冷することによってガラスを作製し、次いで1350°Cで15時間加熱して結晶化させることによって、β-ユーリクリプタイト固溶体を析出した多結晶体としたものである。

【0041】尚、これらの多結晶体の原料は、各種の鉱物や化合物から適宜選択することができる。また表中のβ-Qs. s. は、β-石英固溶体を示し、β-Es. s. は、β-ユーリクリプタイト固溶体を示している。

【0042】表から明らかなように、実施例であるNo. 1～6の各試料は、いずれもβ-石英固溶体ま

たは $\beta$ -ユーチリプタイト固溶体からなり、 $-26 \sim -95 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ の負の熱膨張係数を有し、面間隔が3.52 Åより小さいため、初期ヒステリシスが小さく、さらに高温高湿後のヒステリシスの変化も小さいため、温度補償用部材として適したものであった。また各試料とも、熱膨張の直線性は60ppm以下であった。

【0043】図2は、実施例であるNo. 2の試料の熱膨張曲線を示すグラフであり、図3は、このNo. 2の試料からなる温度補償用部材を用いたFBGの反射中心波長の温度依存性を示すグラフである。図2から、No. 2の試料が良好な熱膨張の直線性を示すこと、図3から、温度補償を有するFBGの反射中心波長の温度依存性が、無温度補償時に比べて遙かに小さく、しかもいずれの温度域でも一定であることが理解できる。

【0044】それに対し、比較例であるNo. 7の試料は、面間隔が3.534 Åと大きいため、初期のヒステリシスや高温高湿試験後のヒステリシスの変化が大きく、しかも熱膨張の直線性が60ppmより大きく、温度補償用部材としては不適当であった。

【0045】尚、表中の結晶の種類と、主ピークを与える結晶面の面間隔は、X線回折によって求め、また熱膨張係数と、ヒステリシスは、ディラトメーターによって測定した。熱膨張係数は、 $-40 \sim 100^\circ\text{C}$ の温度範囲で測定し、ヒステリシスは、 $-40 \sim 100^\circ\text{C}$ の温度範囲で $1^\circ\text{C}/\text{分}$ の速度で試料を繰り返し加熱冷却した時の、 $30^\circ\text{C}$ における加熱時と冷却時の試料長さの差を測定し、これを試験前の試料長さで除して求めた。また高温高湿試験後のヒステリシスは、 $70^\circ\text{C} 85\% \text{RH}$ の環境下に500時間放置した後の値である。

【0046】

【発明の効果】以上のように本発明の温度補償用部材は、熱膨張のヒステリシスが小さく、且つ環境変化に対してもヒステリシスの安定性が高く、しかも低コストで作製できるため、FBGを始めとして、カプラ、導波路等の光通信デバイスの温度補償部材として好適である。

【0047】また本発明の光通信デバイスは、熱膨張のヒステリシスが小さく、且つ環境変化に対してもヒステリシスの安定性が高い温度補償用部材を用いるため、安定した温度補償特性を備えている。